



# AUSLEGESCHRIFT

## 1234 708

Int. Cl.: C 07 c  
C 08 g

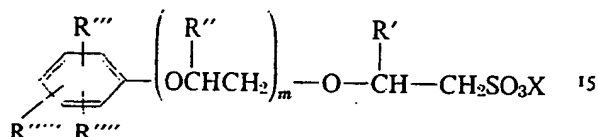
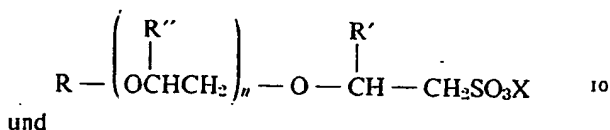
Deutsche Kl.: 12 o - 23/01

Nummer: 1 234 708  
Aktenzeichen: G 33635 IV b/12 o  
Anmeldetag: 21. November 1961  
Auslegungstag: 23. Februar 1967

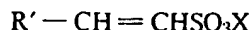
### I

Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Herstellung von  $\beta$ -Alkyl- $\beta'$ -alkoxyisäthionaten, neuen Verbindungen, die als oberflächenaktive Mittel geeignet sind.

Das erfindungsgemäße Verfahren zur Herstellung von  $\beta$ -Alkyl- $\beta'$ -alkoxyisäthionaten der Formeln



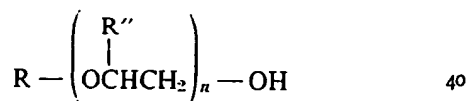
in welchen R für eine Alkylgruppe mit 2 bis 22 Kohlenstoffatomen, R' für eine Alkylgruppe mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, R'' für ein Wasserstoffatom oder eine Methyl- oder Äthylgruppe, R''', R'''' und R'''''' jeweils für ein Wasserstoffatom oder eine Alkylgruppe mit 1 bis 18 Kohlenstoffatomen, n für Null oder eine ganze Zahl von 1 bis 20, m für eine ganze Zahl von 1 bis 20 und X für ein Alkalimetall (z. B. Na, K oder Li) stehen, ist nun dadurch gekennzeichnet, daß man ein  $\beta$ -Alkylvinylsulfonat der Formel



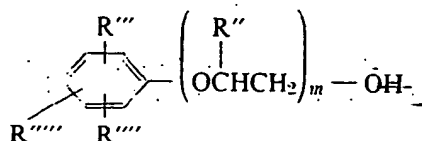
oder ein Oxyalkansulfonat der Formel



wobei R' und X die obige Bedeutung besitzen, mit einer Monoxyverbindung der Formeln



oder



in welchen R, R'', R''', R''', R''', n und m die obige Bedeutung besitzen, in Gegenwart von Natrium- oder Kaliumhydroxyd bei pH 9,7 bis 11,7 und einer Temperatur von 100 bis 240°C umgesetzt.

### Verfahren zur Herstellung von $\beta$ -Alkyl- $\beta'$ -alkoxyisäthionaten

Anmelder:

General Aniline & Film Corporation,  
New York, N. Y. (V. St. A.)

Vertreter:

Dr. W. Schalk, Dipl.-Ing. P. Wirth,  
Dipl.-Ing. G. E. M. Dannenberg  
und Dr. V. Schmied-Kowarzik, Patentanwälte,  
Frankfurt/M., Große Eschenheimer Str. 39

Als Erfinder benannt:

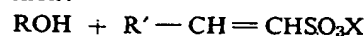
Leslie Millard Schenck, Mountainside, N. J.;  
Leslie Grey Nunn jun., Metuchen, N. J. (V. St. A.)

Beanspruchte Priorität:

V. St. v. Amerika vom 22. November 1960  
(70 940)

### 2

Diese Reaktion ist völlig unerwartet, da die Vorläufer der  $\beta$ -Alkylvinylsulfonate, d. h. die Oxyalkansulfonate, unter praktisch denselben Bedingungen unter Bildung von  $\beta$ -Alkylvinylsulfonaten Wasser abspalten. Man konnte also nicht vorhersehen, daß unter diesen Bedingungen die Addition der genannten Oxyverbindungen an den genannten  $\beta'$ -Alkylvinylsulfonaten erfolgen würde. Bei Verwendung eines aliphatischen Alkohols und eines  $\beta$ -Alkylvinylsulfonates in Form seines Salzes erfolgt z. B. die folgende Reaktion:



wobei R, R' und X die oben angegebenen Bedeutungen besitzen.

Die Zugabe des Alkalis erfolgt zur Erhöhung des pH-Wertes einer 10%igen Lösung der Mischung auf 9,7 bis 11,7; dann wird die erhaltene Mischung auf eine Temperatur über 100°C erhitzt. Diese Verfahrensweise ist sehr günstig, da man dadurch den ungesättigten Reaktionsteilnehmer, nämlich das Natrium- oder Kaliumsalz des  $\beta$ -Alkylvinylsulfonates, nicht längere Zeit erhöhten Temperaturen aussetzen muß und dadurch kein Verlust der Ausbeute

auf Grund einer Polymerisation erfolgt. Weiterhin werden die Gefahren bei der Zugabe organischer Verbindungen zu einer Reaktionsmischung bei erhöhten Temperaturen umgangen.

Verwendbare  $\beta$ -Alkylvinylsulfonate sind z. B.

- $\beta$ -Methylnatrium- oder -kaliumisäthionat,
- $\beta$ -Äthylnatrium- oder -kaliumisäthionat,
- $\beta$ -Propylnatrium- oder -kaliumisäthionat,
- $\beta$ -Butylnatrium- oder -kaliumisäthionat.

Aliphatische Alkohole mit 2 bis 22 Kohlenstoffatomen, die mit den obigen  $\beta$ -Alkylvinylsulfonaten in Form ihrer Natrium- oder Kaliumsalze umgesetzt werden, sind z. B. Äthylalkohol, Propylalkohol, Isopropylalkohol, n-Butylalkohol, sek.-Butylalkohol, tert.-Butylalkohol, Isobutylalkohol, n-Amylalkohol, Isoamylalkohol, 2-Pentanol, 3-Pentanol, tert.-Amylalkohol, 2-Methyl-2-butanol (Amylenhydrat), 1-Hexanol, 2-Hexanol, 2-Methyl-1-pentanol, 3,3-Dimethyl-2-butanol, 2,3-Dimethyl-2-butanol, 1-Heptanol, 1-Octanol, 1-Nonanol, 1-Decanol, 2-Dodecanol (Laurylalkohol), Cetylalkohol, Octadecylalkohol (Stearylalkohol), 1-Docosanol.

Zu den aromatischen Oxyverbindungen der Benzolreihe, die mit 1 bis 20 Mol eines Alkylenoxydes, wie z. B. Äthylenoxyd, Propylenoxyd, Butylenoxyd oder Mischungen derselben, in üblicher Weise umgesetzt und als Reaktionsteilnehmer mit dem Alkalimetallsalz des  $\beta$ -Alkylvinylsulfonates verwendet werden, gehören z. B. Phenol, o-, m- und p-Kresol, Tributylphenol, Benzylalkohol, 2,4-Xylenol, 2,4,6-Trisopropylphenol, Cardanol, Amylphenol, Triamylphenol, Hexylphenol, Octylphenol, Octadecylphenol, Nonylphenol, Decylphenol, Tridecylphenol, Tridodecylphenol, Dinonylphenol, Dodecylphenol, Didodecylphenol.

An Stelle der obigen aliphatischen Alkohole können auch die mono- und polyalkoxylierten Derivate dieser Alkohole und Phenole verwendet werden. Mit anderen Worten, erfindungsgemäß kann jeder einwertige aliphatische Alkohol, einwertiges Phenol einschließlich monoalkylierte und polyalkylierte Phenole verwendet werden, die mit 1 bis 20 Mol Äthylenoxyd, 1,2-Propylenoxyd oder 1,2-Butylenoxyd oder mit Äthylencarbonat, 1,2-Propylencarbonat oder 1,2-Butylencarbonat oder Mischungen derselben in der in den USA.-Patentschriften 1 970 578, 2 213 477, 2 575 832, 2 593 112 und 2 676 975 beschriebenen Weise kondensiert worden sind.

Beispiele solcher mono- und polyalkoxylierter phenolischer Verbindungen sind z. B.

- Nonylphenol, mit 1 Mol Äthylenoxyd kondensiert,
- Nonylphenol, mit 4 Mol Äthylenoxyd kondensiert,
- Dinonylphenol, mit 1 Mol 1,2-Propylenoxyd kondensiert,
- Dodecylphenol, mit 1 Mol 1,2-Butylenoxyd kondensiert,
- Diamylphenol, mit 20 Mol Äthylenoxyd kondensiert,
- Octadecylphenol, mit 20 Mol Äthylenoxyd kondensiert,
- Diocadecylphenol, mit 20 Mol Äthylenoxyd kondensiert.

Beim erfindungsgemäßen Verfahren wird eine Mischung aus 1 Mol eines aliphatischen Alkohols,

polyalkoxylierten Alkohols oder polyalkoxylierten Phenols der oben beschriebenen Art und 1 Mol des Natrium- oder Kaliumsalzes von  $\beta$ -Alkylvinylsulfonat mit Natrium- oder Kaliumhydroxyd in fester oder flockenform oder als wäßrige Lösung auf einen pH-Wert zwischen 9,7 und 11,7 eingestellt. Die wäßrige Lösung kann 40 bis 60% des Hydroxyds enthalten. Dann wird die erhaltene Mischung auf eine Temperatur zwischen 140 und 220°C für die Dauer von  $\frac{1}{2}$  bis 8 Stunden erhitzt. Bei Anwendung von Temperaturen oberhalb 180°C, d. h. zwischen 180 und 220°C, wird es bevorzugt, die Reaktion in einer inerten Atmosphäre, wie z. B. Stickstoff oder Kohlendioxyd, oder unter Druck, wie z. B. in einem üblichen Autoklav aus rostfreiem Stahl, durchzuführen. Nach beendeter Reaktion wird die Reaktionsmischung auf Zimmertemperatur abgekühlt. Das endgültige Produkt, d. h. das oberflächenaktive Mittel, wird nach den folgenden Verfahren isoliert:

Wurde als einer der Reaktionsteilnehmer ein niedrigsiedender aliphatischer Alkohol mit 2 bis 6 Kohlenstoffatomen verwendet, so wird das Endprodukt durch Abdestillieren des nicht umgesetzten Alkohols isoliert. Das Produkt wird durch Umkristallisieren aus Eisessig gereinigt.

Wurde als einer der Reaktionsteilnehmer ein hochsiedender Alkohol oder eine mono- oder polyalkoxylierte phenolische Verbindung verwendet, so erfolgt die Isolierung des oberflächenaktiven Mittels, indem die Reaktionsmischung in einem aromatischen Lösungsmittel suspendiert, das Wasser durch azeotrope Destillation entfernt und die anorganischen Nebenprodukte abfiltriert werden. Das Lösungsmittel wird abdestilliert. Ist das gewünschte Produkt ein Feststoff, so wird die erhaltene Mischung durch Umkristallisation aus Methanol oder Äthanol gereinigt. Ist das gewünschte Produkt eine Flüssigkeit, so wird es von nicht umgesetzten Alkanolen durch Verwendung eines stark basischen Anionenharzes abgetrennt. Das anionische Konzentrat wird dann in einem entsprechenden Lösungsmittel gelöst, die erhaltene Lösung getrocknet und zur Entfernung der unerwünschten anionischen Verunreinigungen filtriert.

Die folgenden Beispiele veranschaulichen das erfindungsgemäße Verfahren zur Herstellung der neuen oberflächenaktiven Mittel. Alle Teile sind Gewichtsteile.

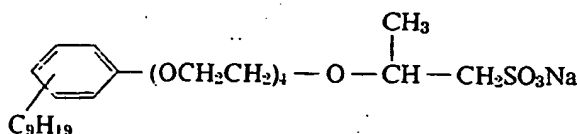
#### Beispiel 1

Eine Mischung aus 200 Teilen Tridecylalkohol, 162 Teilen Natrium- $\beta$ -methylisäthionat und 6 Teilen 50%igem wäßrigem Natriumhydroxyd wurde 1 Stunde auf 170°C erhitzt und dann die Temperatur 40 Minuten auf 200°C erhöht. Dann wurde die Reaktionsmischung entfernt, auf Zimmertemperatur abgekühlt und das Natrium- $\beta$ -tridecyloxypropan-sulfonat durch Umkristallisation aus Methanol isoliert. Die Ausbeute betrug 90 Teile oder 20%.

#### Beispiel 2

Eine Mischung aus 204 Teilen des Reaktionsproduktes aus 1 Mol Nonylphenol mit 4 Mol Äthylenoxyd, 81 Teilen Natrium- $\beta$ -methylisäthionat und 6 Teilen einer 50%igen wäßrigen Natriumhydroxydlösung wurde 40 Minuten auf 180°C erhitzt, dann 2 Stunden auf dieser Temperatur gehalten und schließlich entfernt. Die Analyse der Reaktions-

Mischung zeigte, daß sie 9% des oberflächenaktiven Mittels mit der folgenden Formel enthielt:



Das oberflächenaktive Mittel wurde vom nicht umgesetzten Alkanol durch Verwendung eines stark basischen anionischen Harzes isoliert. Die anionischen Verunreinigungen wurden abgetrennt, indem das anionische Konzentrat aus der Behandlung mit dem Ionenaustauscherharz in trockenem Benzol gelöst und die Lösung zur Entfernung unerwünschter Verunreinigungen filtriert wurde.

#### Beispiel 3

Eine Mischung aus 510 Teilen Äthylbutylalkohol, 6 Teilen 50%igem wäßrigem Natriumhydroxyd und 162 Teilen Natrium- $\beta$ -methylisäthionat wurde in einen Autoklav aus rostfreiem Stahl gegeben, unter Druck auf 220°C erhitzt und 6½ Stunden auf dieser Temperatur gehalten. Die Mischung wurde von überschüssigem Alkohol befreit und auf Zimmertemperatur abgekühlt. Die Analyse des erhaltenen Produktes zeigte, daß es 39% Natrium- $\beta$ -äthylhexyloxypropansulfonat enthielt. Durch Umkristallisation aus Eisessig wurde das gewünschte oberflächenaktive Mittel in praktisch reiner Form erhalten.

#### Beispiel 4

Eine Mischung aus 230 Teilen Athanol, 6 Teilen 50%igem wäßrigem Kaliumhydroxyd und 178 Teilen Kalium- $\beta$ -methylisäthionat wurde in einen Autoklav aus rostfreiem Stahl gegeben, unter Druck auf 200°C erhitzt und 6 Stunden auf dieser Temperatur gehalten. Die Reaktionsmischung wurde dann von überschüssigem Alkohol befreit und auf Zimmertemperatur abgekühlt. Die Analyse des erhaltenen Produktes zeigte, daß es 32% Kalium- $\beta$ -äthylhexyloxypropansulfonat enthielt. Durch Umkristallisation aus Eisessig wurde das gewünschte Produkt in praktisch reiner Form erhalten.

#### Beispiel 5

Eine Mischung aus 327 Teilen 1-Docosanol, 6 Teilen 50%igem wäßrigem Natriumhydroxyd und 176 Teilen Natrium- $\beta$ -äthylisäthionat wurde 40 Minuten auf 180°C und dann 5 Stunden auf dieser Temperatur gehalten. Die Analyse des erhaltenen Produktes zeigte, daß es 14% Natrium- $\beta$ -docosanyloxybutansulfonat enthielt. Durch Umkristallisation aus Athanol wurde das gewünschte oberflächenaktive Mittel in praktisch reiner Form erhalten.

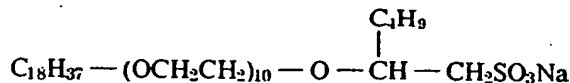
#### Beispiel 6

Eine Mischung aus 264 Teilen des Kondensationsproduktes aus 1 Mol Nonylphenol und 1 Mol Äthylenoxyd, 3 Teilen flockigem Natriumhydroxyd und 190 Teilen Natrium- $\beta$ -propylisäthionat wurde innerhalb von 40 Minuten auf 180°C erhitzt und 6 Stunden auf dieser Temperatur gehalten. Die Reaktionsmischung wurde auf Zimmertemperatur abgekühlt, analysiert und enthielt 7% Natrium- $\beta$ -nonylphenoxyäthoxy-pentansulfonat. Das Produkt

wurde durch das im Beispiel 2 beschriebene Verfahren in praktisch reiner Form isoliert.

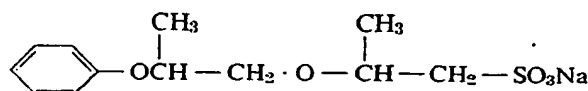
#### Beispiel 7

Eine Mischung, die 710 Teile nichtionisches oberflächenaktives Mittel, das durch Umsetzung von 1 Mol 1-Octadecanol mit 10 Mol Äthylenoxyd hergestellt worden war, 6 Teile 50%iges wäßriges Natriumhydroxyd und 214 Teile Natrium- $\beta$ -butylisäthionat enthielt, wurde innerhalb von 40 Minuten auf 180°C erhitzt und 6 Stunden auf dieser Temperatur gehalten. Die Reaktionsmischung wurde auf Zimmertemperatur abgekühlt, analysiert und enthielt 11% eines oberflächenaktiven Mittels der folgenden Formel:



#### Beispiel 8

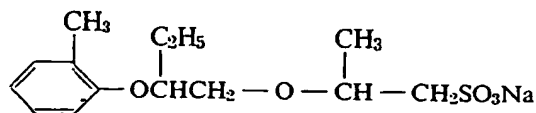
Eine Mischung aus 153 Teilen des Reaktionsproduktes aus 1 Mol Phenol mit 1 Mol Propylenoxyd, 81 Teilen Natrium- $\beta$ -methylisäthionat und 6 Teilen einer 50%igen Natriumhydroxydlösung wurde 40 Minuten auf 180°C erhitzt und 2 Stunden auf dieser Temperatur gehalten und dann entfernt. Die Analyse der Mischung zeigte, daß sie 12% eines oberflächenaktiven Mittels der Formel



enthielt. Die Isolierung erfolgte gemäß Beispiel 2.

#### Beispiel 9

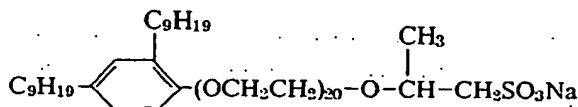
Beispiel 8 wurde wiederholt, wobei an Stelle der 153 Teile des Reaktionsproduktes aus 1 Mol Phenol mit 1 Mol Propylenoxyd 180 Teile des Reaktionsproduktes aus 1 Mol o-Kresol mit 1 Mol Butylenoxyd verwendet wurden. Die Analyse des Reaktionsproduktes zeigte einen Gehalt von 10% der Verbindung der Formel



Die Isolierung erfolgte gemäß Beispiel 2.

#### Beispiel 10

Beispiel 8 wurde wiederholt, wobei 1226 Teile des Reaktionsproduktes aus Dinonylphenol mit 20 Mol Äthylenoxyd an Stelle des Reaktionsproduktes aus 1 Mol Phenol mit 1 Mol Propylenoxyd verwendet wurden. Die Analyse des Reaktionsproduktes zeigte einen Gehalt von 7% einer Verbindung der Formel

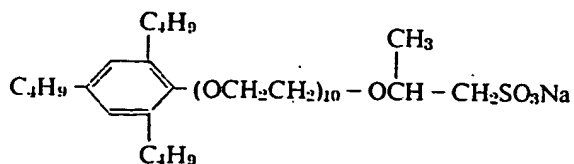


Die Isolierung erfolgte gemäß Beispiel 2.

#### Beispiel 11

Beispiel 8 wurde wiederholt, wobei 702 Teile des Reaktionsproduktes aus Tributylphenol mit 10 Mol

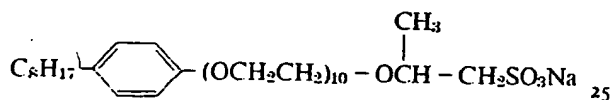
Äthylenoxyd an Stelle des Reaktionsproduktes aus 1 Mol Phenol mit 1 Mol Propylenoxyd verwendet wurden. Die Analyse der Reaktionsmischung zeigte einen Gehalt von 9% einer Verbindung der folgenden Formel:



Die Isolierung erfolgte gemäß Beispiel 2.

#### Beispiel 12

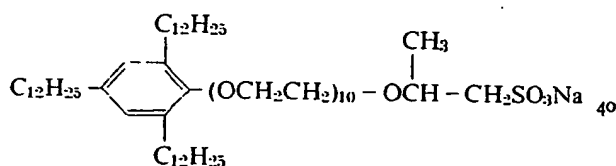
Beispiel 8 wurde wiederholt, wobei 646 Teile des Reaktionsproduktes aus Octylphenol plus 10 Mol Äthylenoxyd an Stelle des Reaktionsproduktes aus 1 Mol Phenol mit 1 Mol Propylenoxyd verwendet wurden. Die Analyse zeigte einen Gehalt von 9% der folgenden Verbindung:



Die Isolierung erfolgte gemäß Beispiel 2.

#### Beispiel 13

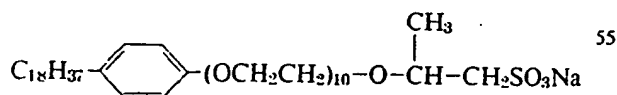
Beispiel 8 wurde wiederholt, wobei 1038 Teile des Reaktionsproduktes aus Tridodecylphenol plus 10 Mol Äthylenoxyd an Stelle von 1 Mol Phenol plus 1 Mol Propylenoxyd verwendet wurden. Die Analyse zeigte einen Gehalt von 6% der folgenden Verbindung:



Die Isolierung erfolgte gemäß Beispiel 2.

#### Beispiel 14

Das Beispiel 8 wurde wiederholt, wobei 786 Teile des Reaktionsproduktes aus 1 Mol Octadecylphenol mit 10 Mol Äthylenoxyd an Stelle des Reaktionsproduktes aus 1 Mol Phenol mit 1 Mol Propylenoxyd verwendet wurden. Die Analyse zeigte einen Gehalt von 7% der folgenden Verbindung:

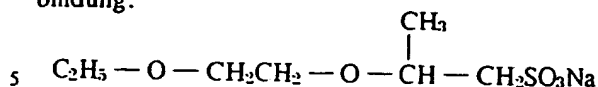


Die Isolierung erfolgte gemäß Beispiel 2.

#### Beispiel 15

Beispiel 8 wurde wiederholt, wobei 450 Teile des Reaktionsproduktes aus 1 Mol Äthanol mit 1 Mol Äthylenoxyd an Stelle des Äthanol verwendet wurden. Das überschüssige Alkanol wurde durch Vakuumdestillation entfernt. Die Analyse des Rückstandes

zeigte einen Gehalt von 25% der folgenden Verbindung:



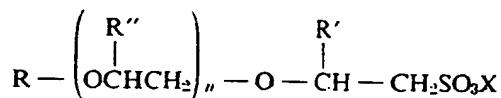
Das Produkt wurde gemäß Beispiel 2 gereinigt.

#### Beispiel 16

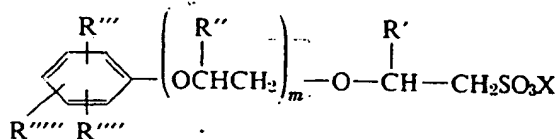
Eine Mischung aus 100 Teilen Tridecylalkohol, 80 Teilen Natrium- $\beta$ -methylvinylsulfonat und 1,5 Teilen flockigem Natriumhydroxyd wurde 1 Stunde auf 170°C erhitzt. Die Reaktionsmischung wurde danach dem Reaktionsgefäß entnommen und auf Zimmertemperatur abgekühlt. Man erhielt durch Umkristallisation aus Methanol 45 Teile Natrium- $\beta$ -tridecyloxypropansulfonat (Ausbeute = 20%).

#### Patentsanspruch:

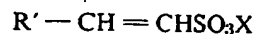
Verfahren zur Herstellung von  $\beta$ -Alkyl- $\beta'$ -alkoxyisäthionaten der Formeln



und



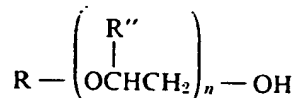
in welchen R für eine Alkylgruppe mit 2 bis 22 Kohlenstoffatomen, R' für eine Alkylgruppe mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, R'' für ein Wasserstoffatom oder eine Methyl- oder Äthylgruppe, R''', R'''' und R'''''' jeweils für ein Wasserstoffatom oder eine Alkylgruppe mit 1 bis 18 Kohlenstoffatomen, n für Null oder eine ganze Zahl von 1 bis 20, m für eine ganze Zahl von 1 bis 20 und X für ein Alkalimetall stehen, dadurch gekennzeichnet, daß man ein  $\beta$ -Alkylvinylsulfonat der Formel



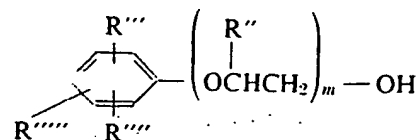
oder ein Oxyalkansulfonat der Formel



wobei R' und X die obige Bedeutung besitzen, mit einer Monoxyverbindung der Formeln



oder



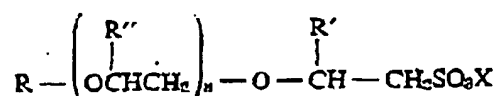
in welchen R, R'', R''', R''''', R''''''', n und m die obige Bedeutung besitzen, in Gegenwart von Natrium- oder Kaliumhydroxyd bei pH 9,7 bis 11,7 und einer Temperatur von 100 bis 240°C umgesetzt.

## German Auslegeschrift 1 234 708

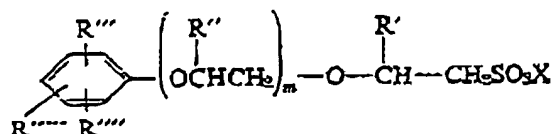
Process for the preparation of  $\beta$ -alkyl- $\beta'$ -alkoxyisethionates

5 The present invention relates to a process for the preparation of  $\beta$ -alkyl- $\beta'$ -alkoxyisethionates, which are novel compounds suitable as surface-active agents.

The process according to the invention for the preparation of  $\beta$ -alkyl- $\beta'$ -alkoxyisethionates of the formulae



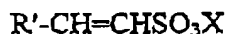
and



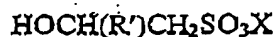
10

in which R is an alkyl group having 2 to 22 carbon atoms, R' is an alkyl group having 1 to 4 carbon atoms, R'' is a hydrogen atom or a methyl or ethyl group, R''', R'''' and R'''' are each a hydrogen atom or an alkyl group having 1 to 18 carbon atoms, n is zero or an integer from 1 to 20, m is an integer from 1 to 20 and X is an alkali metal (e.g. Na, K or Li), is characterized in that a  $\beta$ -alkylvinylsulfonate of the formula

15



20 or an oxyalkanesulfonate of the formula

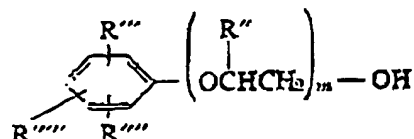


R' and X being as defined above, is reacted with a monooxy compound of the formula

25

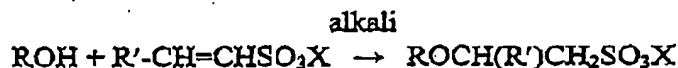


or



in which R, R', R'', R''', R''', n and m are as defined above, in the presence of sodium or potassium hydroxide at pH 9.7 to 11.7 and at a temperature of 100 to 240°C.

5 This reaction is completely unexpected because the precursors of  $\beta$ -alkylvinylsulfonates, i.e. oxyalkanesulfonates, eliminate water under practically the same conditions to form  $\beta$ -alkylvinylsulfonates. Thus it could not be anticipated that the addition of said oxy compounds onto said  $\beta$ -alkylvinylsulfonates would take place under these conditions. When using an aliphatic alcohol and a  $\beta$ -alkylvinylsulfonate in the form of its salt, the following reaction, for example, takes place:



15

R, R' and X being as defined above.

The alkali is added to increase the pH of a 10% solution of the mixture to 9.7 to 11.7; the mixture obtained is then heated to a temperature above 100°C. This procedure is very favourable because the unsaturated reactant, namely the sodium or potassium salt of the  $\beta$ -alkylvinylsulfonate, does not then have to be exposed to elevated temperatures for a prolonged period, thereby avoiding any loss of yield due to polymerization. The dangers of adding organic compounds to a reaction mixture at elevated temperatures is also avoided.

25 Examples of  $\beta$ -alkylvinylsulfonates which can be used are:  
 sodium or potassium  $\beta$ -methylsulfonate,  
 sodium or potassium  $\beta$ -ethylsulfonate,  
 sodium or potassium  $\beta$ -propylsulfonate,  
 sodium or potassium  $\beta$ -butylsulfonate.

30 Examples of aliphatic alcohols having 2 to 22 carbon atoms which are reacted with the above  $\beta$ -alkylvinylsulfonates in the form of their sodium or

potassium salts are ethyl alcohol, propyl alcohol, isopropyl alcohol, n-butyl alcohol, sec-butyl alcohol, tert-butyl alcohol, isobutyl alcohol, n-amyl alcohol, isoamyl alcohol, 2-pentanol, 3-pentanol, tert-amyl alcohol, 2-methyl-2-butanol (amylene hydrate), 1-hexanol, 2-hexanol, 2-methyl-1-pentanol, 3,3-dimethyl-2-butanol, 2,3-dimethyl-2-butanol, 1-heptanol, 1-octanol, 1-nonanol, 1-decanol, 2-dodecanol (lauryl alcohol), cetyl alcohol, octadecyl alcohol (stearyl alcohol) and 1-docosanol.

The aromatic oxy compounds of the benzene series which are reacted in conventional manner with 1 to 20 mol of an alkylene oxide such as ethylene oxide, propylene oxide, butylene oxide or mixtures thereof, and are used as reactants with the alkali metal salt of the  $\beta$ -alkylvinylsulfonate, include e.g. phenol, o-, m- and p-cresol, tributylphenol, benzyl alcohol, 2,4-xylenol, 2,4,6-triisopropylphenol, cardanol, amylphenol, triamylphenol, hexylphenol, octylphenol, octadecylphenol, nonylphenol, decylphenol, tridecylphenol, tridodecylphenol, dinonylphenol, dodecylphenol and didodecylphenol.

In place of the above aliphatic alcohols, it is also possible to use the monoalkoxylated and polyalkoxylated derivatives of these alcohols and phenols. In other words, it is possible according to the invention to use any monohydric aliphatic alcohol or monohydric phenol, including monoalkylated and polyalkylated phenols, which have been condensed with 1 to 20 mol of ethylene oxide, 1,2-propylene oxide or 1,2-butylene oxide, or with ethylene carbonate, 1,2-propylene carbonate or 1,2-butylene carbonate or mixtures thereof, in the manner described in US patents 1 970 578, 2 213 477, 2 575 832, 2 593 112 and 2 676 975.

Examples of such monoalkoxylated and polyalkoxylated phenolic compounds are:

nonylphenol condensed with 1 mol of ethylene oxide,  
 nonylphenol condensed with 4 mol of ethylene oxide,  
 dinonylphenol condensed with 1 mol of 1,2-propylene oxide,  
 dodecylphenol condensed with 1 mol of 1,2-butylene oxide,  
 diamylphenol condensed with 20 mol of ethylene oxide,  
 octadecylphenol condensed with 20 mol of ethylene oxide,  
 dioctadecylphenol condensed with 20 mol of ethylene oxide.

In the process according to the invention a mixture of 1 mol of an aliphatic alcohol, polyalkoxylated alcohol or polyalkoxylated phenol of the type described above, and 1 mol of the sodium or potassium salt of  $\beta$ -alkylvinylsulfonate with

sodium or potassium hydroxide in solid or flake form or as an aqueous solution, is adjusted to a pH of between 9.7 and 11.7. The aqueous solution can contain 40 to 60% of hydroxide. The resulting mixture is then heated at a temperature of between 140 and 220°C for a period of ½ to 8 hours. When operating at  
5 temperatures above 180°C, i.e. between 180 and 220°C, it is preferable to carry out the reaction in an inert atmosphere, e.g. nitrogen or carbon dioxide, or under pressure, e.g. in a conventional stainless steel autoclave. When the reaction has ended, the reaction mixture is cooled to room temperature. The final product, i.e. the surface-active agent, is isolated by the following processes:

10 If one of the reactants used was a low-boiling aliphatic alcohol having 2 to 6 carbon atoms, the end product is isolated by distillation of the unreacted alcohol. The product is purified by recrystallization from glacial acetic acid.

If one of the reactants used was a high-boiling alcohol or a monoalkoxylated or polyalkoxylated phenolic compound, the surface-active agent  
15 is isolated by suspending the reaction mixture in an aromatic solvent, removing the water by azeotropic distillation and filtering off the inorganic by-products. The solvent is distilled off. If the desired product is a solid, the resulting mixture is purified by recrystallization from methanol or ethanol. If the desired product is a liquid, it is separated from unreacted alkanols by using a strongly basic anionic  
20 resin. The anionic concentrate is then dissolved in an appropriate solvent and the resulting solution is dried and filtered to remove the unwanted anionic impurities.

The Examples which follow illustrate the process according to the invention for the preparation of the novel surface-active agents. All parts are by  
25 weight.

#### Example 1

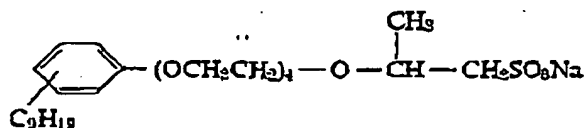
A mixture of 200 parts of tridecyl alcohol, 162 parts of sodium β-methyl-  
isethionate and 6 parts of 50% aqueous sodium hydroxide was heated for 1 hour at  
30 170°C and the temperature was then increased to 200°C for 40 minutes. The reaction mixture was then withdrawn from the reaction vessel and cooled to room temperature and the sodium β-tridecyloxypropanesulfonate was isolated by recrystallization from methanol. The yield was 90 parts or 20%.

35

#### Example 2



A mixture of 204 parts of the reaction product of 1 mol of nonylphenol with 4 mol of ethylene oxide, 81 parts of sodium  $\beta$ -methylisethionate and 6 parts of 50% aqueous sodium hydroxide solution was heated to 180°C over 40 minutes, then kept at this temperature for 2 hours and finally withdrawn from the reaction vessel. Analysis of the reaction mixture showed that it contained 9% of the surface-active agent of the following formula:



The surface-active agent was isolated from the unreacted alkanol by using a strongly basic anionic resin. The anionic impurities were separated off by dissolving in dry benzene the anionic concentrate from the treatment with the ion exchange resin and filtering the solution to remove unwanted impurities.

### Example 3

A mixture of 510 parts of ethylbutyl alcohol, 6 parts of 50% aqueous sodium hydroxide and 162 parts of sodium  $\beta$ -methylisethionate was placed in a stainless steel autoclave, heated to 220°C under pressure and kept at this temperature for 6½ hours. Excess alcohol was removed and the mixture was cooled to room temperature. Analysis of the resulting product showed that it contained 39% of sodium  $\beta'$ -ethylhexyloxypropanesulfonate. The desired surface-active agent was obtained in virtually pure form by recrystallization from glacial acetic acid.

### Example 4

A mixture of 230 parts of ethanol, 6 parts of 50% aqueous potassium hydroxide and 178 parts of potassium  $\beta$ -methylisethionate was placed in a stainless steel autoclave, heated to 200°C under pressure and kept at this temperature for 6 hours. Excess alcohol was then removed and the reaction mixture was cooled to room temperature. Analysis of the resulting product showed that it contained 32%

of potassium  $\beta'$ -ethoxypropanesulfonate. The desired product was obtained in virtually pure form by recrystallization from glacial acetic acid.

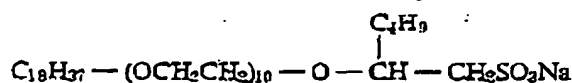
A mixture of 327 parts of 1-docosanol, 6 parts of 50% aqueous sodium hydroxide and 176 parts of sodium  $\beta$ -ethylisethionate was heated to 180°C over 40 minutes and then kept at this temperature for 5 hours. Analysis of the resulting product showed that it contained 14% of sodium  $\beta$ -docosanyloxybutanesulfonate. The desired surface-active agent was obtained in virtually pure form by recrystallization from ethanol.

#### Example 6

A mixture of 264 parts of the condensation product of 1 mol of nonylphenol with 1 mol of ethylene oxide, 3 parts of sodium hydroxide flakes and 190 parts of sodium  $\beta$ -propylisethionate was heated to 180°C over 40 minutes and kept at this temperature for 6 hours. The reaction mixture was cooled to room temperature and analysed; it contained 7% of sodium  $\beta'$ -nonylphenoxyethoxypentanesulfonate. The product was isolated in virtually pure form by the process described in Example 2.

#### Example 7

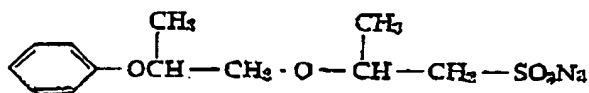
A mixture containing 710 parts of a non-ionic surface-active agent prepared by reacting 1 mol of 1-octadecanol with 10 mol of ethylene oxide, 6 parts of 50% aqueous sodium hydroxide and 214 parts of sodium  $\beta$ -butylisethionate was heated to 180°C over 40 minutes and kept at this temperature for 6 hours. The reaction mixture was cooled to room temperature and analysed; it contained 11% of a surface-active agent of the following formula:



#### Example 8

A mixture of 153 parts of the reaction product of 1 mol of phenol with 1 mol of propylene oxide, 81 parts of sodium  $\beta$ -methylisethionate and 6 parts of 50% sodium hydroxide solution was heated to 180°C over 40 minutes, kept at this

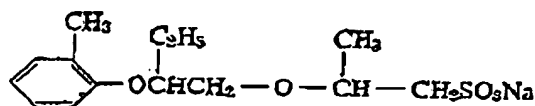
temperature for 2 hours and then withdrawn from the reaction vessel. Analysis of the mixture showed that it contained 12% of a surface-active agent of the formula



5 It was isolated as described in Example 2.

#### Example 9

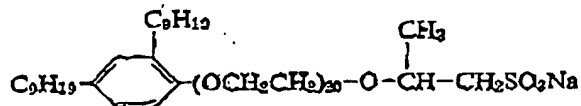
10 Example 8 was repeated except that 180 parts of the reaction product of 1 mol of o-cresol with 1 mol of butylene oxide were used in place of 153 parts of the reaction product of 1 mol of phenol with 1 mol of propylene oxide. Analysis of the reaction product showed a 10% content of the compound of the formula



15 It was isolated as described in Example 2.

#### Example 10

20 Example 8 was repeated except that 1226 parts of the reaction product of dinonylphenol with 20 mol of ethylene oxide were used in place of the reaction product of 1 mol of phenol with 1 mol of propylene oxide. Analysis of the reaction product showed a 7% content of a compound of the formula

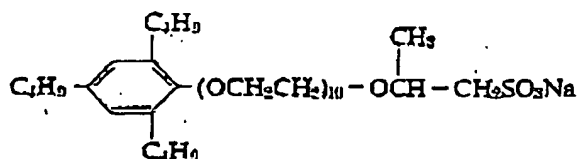


25 It was isolated as described in Example 2.

#### Example 11

Example 8 was repeated except that 702 parts of the reaction product of

tributylphenol with 10 mol of ethylene oxide were used in place of the reaction product of 1 mol of phenol with 1 mol of propylene oxide. Analysis of the reaction mixture showed a 9% content of a compound of the following formula:



5

It was isolated as described in Example 2.

#### Example 12

10 Example 8 was repeated except that 646 parts of the reaction product of octylphenol with 10 mol of ethylene oxide were used in place of the reaction product of 1 mol of phenol with 1 mol of propylene oxide. Analysis showed a 9% content of the following compound:

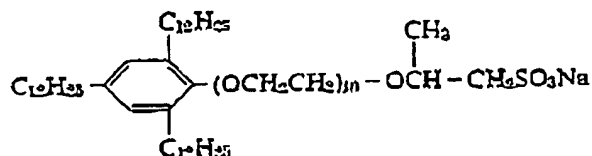


15

It was isolated as described in Example 2.

#### Example 13

20 Example 8 was repeated except that 1038 parts of the reaction product of tridodecylphenol with 10 mol of ethylene oxide were used in place of the reaction product of 1 mol of phenol with 1 mol of propylene oxide. Analysis showed a 6% content of the following compound:

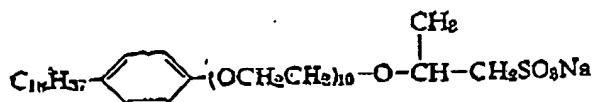


25

It was isolated as described in Example 2.

#### Example 14

- 5        Example 8 was repeated except that 786 parts of the reaction product of 1 mol of octadecylphenol with 10 mol of ethylene oxide were used in place of the reaction product of 1 mol of phenol with 1 mol of propylene oxide. Analysis showed a 7% content of the following compound:

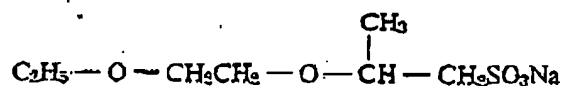


10

It was isolated as described in Example 2.

#### Example 15

- 15        Example 8 was repeated except that 450 parts of the reaction product of 1 mol of ethanol with 1 mol of ethylene oxide were used in place of ethanol. The excess alkanol was removed by vacuum distillation. Analysis of the residue showed a 25% content of the following compound:



20

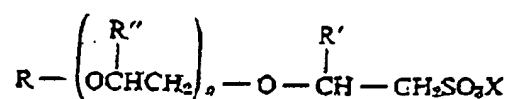
The product was purified as described in Example 2.

#### Example 16

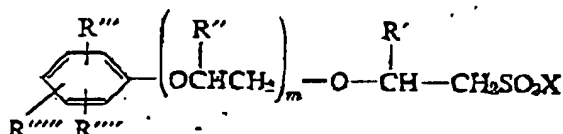
- 25        A mixture of 100 parts of tridecyl alcohol, 80 parts of sodium  $\beta$ -methylvinylsulfonate and 1.5 parts of sodium hydroxide flakes was heated at 170°C for 1 hour. The reaction mixture was then withdrawn from the reaction vessel and cooled to room temperature. 45 parts of sodium  $\beta$ -tridecyloxypropanesulfonate (yield = 20%) were obtained by recrystallization from methanol.

## Claim:

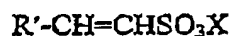
Process for the preparation of  $\beta$ -alkyl- $\beta'$ -alkoxyisethionates of the formulae



and



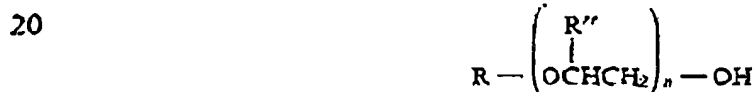
5 in which R is an alkyl group having 2 to 22 carbon atoms, R' is an alkyl group having 1 to 4 carbon atoms, R'' is a hydrogen atom or a methyl or ethyl group, R''', R'''' and R''''' are each a hydrogen atom or an alkyl group having 1 to 18 carbon atoms, n is zero or an integer from 1 to 20, m is an integer from 1 to 20 and X is an  
10 alkali metal, characterized in that a  $\beta$ -alkylvinylsulfonate of the formula



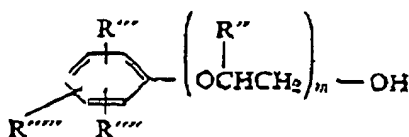
or an oxyalkanesulfonate of the formula



15 R' and X being as defined above, is reacted with a monooxy compound of the formula



or



in which R, R'', R''', R''''', R''''', n and m are as defined above, in the presence of sodium or potassium hydroxide at pH 9.7 to 11.7 and at a temperature of 100 to 240°C.